

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-269503

(43) 公開日 平成11年(1999)10月5日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	F I	
B 2 2 F	1/02	B 2 2 F	1/02
	9/08		9/08
C 2 2 C	45/02	C 2 2 C	45/02
H 0 1 F	1/24	H 0 5 K	9/00
審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 4 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願平10-69709

(22) 出願日 平成10年(1998)3月19日

(71) 出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

(72) 発明者 砂川 淳

島根県安来市安来町2107番地2 日立金属
株式会社冶金研究所内

(72) 発明者 備前 嘉雄

島根県安来市安来町2107番地2 日立金属
株式会社冶金研究所内

(72) 発明者 荒川 俊介

島根県安来市安来町2107番地2 日立金属
株式会社冶金研究所内

(54) 【発明の名称】 Fe基ナノ結晶磁性粉末、およびその製造方法ならびに、これを用いた電波ノイズ抑制部材

(57) 【要約】

【課題】 十分な電磁波ノイズ吸収効果を発揮できる新しい構成の電磁波抑制部材を提供する。

【解決手段】 本発明は粉末表面に、粉末に内在するSiから形成されたSi酸化物を主体とする酸化被膜を形成されてなることを特徴とするFe基ナノ結晶磁性粉末およびこれを樹脂中に分散させた電磁波抑制部材である。この磁性粉末は、Fe基ナノ結晶粉末、もしくはFe基ナノ結晶粉末の前駆体となるアモルファス粉末を、露点-50～30℃、より望ましくは-30～30℃の水素雰囲気中で加熱してSi酸化物を主体とする酸化被膜を形成することにより得ることができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 粉末表面に、粉末に内在するSiから形成されたSi酸化物を主体とする酸化被膜を形成されてなることを特徴とするFe基ナノ結晶磁性粉末。

【請求項2】 露点-50～30℃の水素雰囲気中で加熱して粉末表面にSi酸化物を主体とする酸化被膜を形成することを特徴とするFe基ナノ結晶磁性粉末の製造方法。

【請求項3】 請求項1に記載のFe基ナノ結晶磁性粉末を樹脂中に分散したことを特徴とする電磁波ノイズ抑制部材。

【請求項4】 平均粒径が500μm以下の請求項1に記載のFe基ナノ結晶磁性粉末が樹脂の重量の15倍以下含有されていることを特徴とする電磁波ノイズ抑制部材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】本発明は、電子機器等から生じる高周波の電磁波ノイズによる機器の誤動作防止用等に用いることができるFe基ナノ結晶磁性粉末、およびその製造方法ならびに、これを用いた電波ノイズ抑制部材に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年電子機器の普及増大に伴い、機器から発生する電磁波ノイズによる周辺機器の誤動作等が問題となっている。またこれらの機器は大幅な小型化、軽量化も図られている。これに伴い機器内にある電子部品は過密に実装されるため、部品から生じる電磁波ノイズによる機器本体の誤動作も問題となっている。これに対するノイズ対策部材には電磁波ノイズを反射するのではなく吸収し、かつ薄型、軽量であることが望まれる。このような要求に対し、鉄粉等の磁性粉末と樹脂を混合して作製したものが使用されてきた。

【0003】磁性粉末を用いた場合、その吸収効果は $\mu' - j\mu''$ といった式で表される複素透磁率の周波数特性に依存する。ここで実数部 μ' はいわゆる比透磁率に相当する項で、 μ'' は電磁波が素材に入射した際の損失に起因する項であり、この項によって電磁波は素材中で減衰する。吸収体はこの μ' よりも μ'' が高くなる周波数帯で使用される。また、この周波数帯は低周波で高い μ' を示すものほど低められる。従って磁性体の低周波における μ' が高いものほど、適応可能な周波数帯を拡大しやすい。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明者は、上述した低周波における μ' が高く、経時変化も小さいものとして、特開平1-241200号あるいは特開平6-112031号に示されるようなFe-Cu-Si-B系に代表される100nm以下の超微細な結晶粒を有する組織によって優れた軟磁気特性が得られるFe基のナノ結

晶合金粉末に着目した。そして、本発明者は上記Fe基ナノ結晶磁性粉末と樹脂を用い、粉末の配合量や吸収体の厚み等に関しさまざまな検討を行った。評価はネットワークアナライザーと裏面短絡させた同軸管を用い、反射減衰量（入射波に対する反射波がどれだけ減衰したか）で比較した。その結果、粉末量の異なる厚さ2mm程度のシートで、1～10GHzと広い周波数帯で吸収効果の認められるものが得られることを確認した。しかし反射減衰量は10dBよりも小さい値しか得られず、十分な吸収効果とは言えないものであった。

【0005】磁性体を用いた電波吸収体の場合、反射減衰量が得られる周波数帯は前述したように磁性体の複素透磁率の分散特性によるが、反射減衰量の値そのものは複素透磁率と複素誘電率が等しいとき、空間のインピーダンスと整合し最も大きな効果を示す。本発明者が検討したところ、単純にFe基ナノ結晶磁性合金粉末と樹脂との構成では複素透磁率以上に複素誘電率が非常に大きな値を示したことから、空間のインピーダンスとのずれが大きくなり、十分なノイズ吸収効果が得られていないことが判明した。本発明の目的は上述した問題点を解決するため、十分な電磁波ノイズ吸収効果を発揮できる新しい構成の電磁波抑制部材およびそのための磁性粉末を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者は、粉末表面に絶縁性に優れた酸化皮膜をもたせ、粉末同士を絶縁することにより、複素誘電率の過度の増加を抑制することを検討した。そして、本発明者はFe基ナノ結晶磁性合金粉末の製造時に適用する、熱処理方法と絶縁層の形成について検討した。その結果、露点を調整した水素雰囲気中でナノ結晶化の熱処理することで、粉末の表面にFeの酸化皮膜よりも絶縁性能に優れるSiを主体とする酸化皮膜を選択的に形成するとともに、内部組織をナノ結晶化することにより、複素透磁率を高めると同時に、複素誘電率の上昇を抑えることで、優れた反射減衰量が得られることを見出し本発明に到達した。

【0007】すなわち、本発明は粉末表面に、粉末に内在するSiから形成されたSi酸化物を主体とする酸化被膜を形成されてなることを特徴とするFe基ナノ結晶磁性粉末である。この粉末は、たとえばFe基ナノ結晶磁性粉末、もしくはFe基ナノ結晶磁性粉末の前駆体となるアモルファス粉末を、露点-50～30℃、より望ましくは-30～30℃の水素雰囲気中で加熱してSi酸化物を主体とする酸化被膜を形成することにより得ることができる。

【0008】本発明の上述したFe基ナノ結晶磁性粉末を、樹脂中に分散することで、電磁波ノイズ抑制が優れかつ柔軟で扱いやすい電磁波ノイズ抑制部材を得ることができる。より好ましくは平均粒径が500μm以下の上述したFe基ナノ結晶磁性粉末が樹脂の重量の15倍

以下含有するものとする。

【0009】

【発明の実施の形態】樹脂中に混合する磁性粉末として、酸化層を形成することが電磁波ノイズの抑制に対して有効である。本発明においては、酸化層として、表面にFeを主体とする酸化皮膜よりも絶縁性能に優れたSi酸化物を主体とする酸化皮膜をもたせたナノ結晶磁性粉末を見だし、電磁波ノイズ抑制部材として、反射減衰量を一層改善できたものである。

【0010】本発明において、粉末に内在するSiから形成するとしたのは、Fe基ナノ結晶磁性粉末の組成としてSiを添加することができるためであり、加熱処理における露点の調整によりこのSiを表面に濃化でき、Si酸化物を主体とする絶縁性に優れた酸化被膜を形成することができるためである。上述した酸化層はFe基ナノ結晶磁性粉末、もしくはFe基ナノ結晶磁性粉末の前駆体となるアモルファス粉末を、露点-50~30℃、より望ましくは-30~30℃の水素雰囲気中で加熱してSi酸化物を主体とする酸化被膜を形成することにより得ることができる。Fe基ナノ結晶磁性粉末の前駆体となるアモルファス合金粉末は、例えば500~600℃程度で熱処理することによって組織のナノ結晶化を行うことができるのであるが、このとき同時に表面に絶縁性にすぐれた酸化皮膜からなる絶縁層をもたせられれば、2度加熱工程を付与する必要がなくなることから、工数及びコスト低減が可能である。

【0011】本発明において樹脂混合するナノ結晶磁性粉末の重量を樹脂の15倍以下としたのは、15倍以上では樹脂の割合が少ないため、成形性が悪くなるからである。加えて、ナノ結晶磁性粉末の平均粒径を500μm以下としたのは、粉末製造時アモルファス化し難いからである。また、粉末の熱処理雰囲気として露点-50~30℃、好ましくは-30~30℃の水素雰囲気としたのは、アモルファス構造を有する粉末を結晶化する際、-50℃以下では十分な酸化皮膜が着かず、また30℃以上ではFeを主体とする酸化皮膜が形成されるため、粉末同士の絶縁性能が低下する場合があるためである。加えて、本発明において適用される樹脂としては、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、ポリウレタン樹脂、塩化ビニル樹脂などがある。

【0012】本発明でいうナノ結晶磁性粉末というのは、実質的に100nm以下の微細結晶粒で構成される粉末である。具体的には、Fe-Cu-Nb-Si-B系やFe-Zr-Si-B系に代表される組織がbcc Feの微細結晶を主体とする軟磁性材料である。

【0013】本発明の電磁波ノイズ抑制部材は、次のような方法で製造することができる。まず水アトマイズ法などにより、アモルファス合金の粉末を作製する。次いで、露点-50~30℃の水素雰囲気中で結晶化温度以上の温度で熱処理することにより、表面にSiを主体と

する酸化皮膜を有する微結晶磁性粉末を得る。このようにして得られたナノ結晶合金の粉末、樹脂、硬化剤及び溶剤等を配合し、ドクターブレード法によりシート状に成形し、シート状の電磁波ノイズ抑制部材を得ることができる。

【0014】

【実施例】（実施例1）水アトマイズ法により、平均粒径30μmのCu₁-Nb₃-Si_{13.5}-B₉（at%）、残部Feからなるアモルファス合金粉末を作製し、これを550℃、露点15℃の水素雰囲気中で1.5時間熱処理し、100nm以下のbcc Feの微細結晶組織を有し、平均粒径30μmの本発明のナノ結晶合金粉末を得た。次いで、ポリエチレン樹脂と樹脂の5倍の重量を有するナノ結晶合金粉末と硬化剤及び、溶剤を配合し、ドクターブレード法により厚さ2mmのシート状の本発明の電波ノイズ抑制部材を得た。この本発明の電波ノイズ抑制部材の2GHzにおける反射減衰量、複素透磁率、複素誘電率をヒューレットパッカード社製ネットワークアナライザーを用いて評価した。またX線分析装置を用いて粉末表面の分析を行った。

【0015】本発明の粉末では、X線分析により、粉末表面にはSiと酸素の濃化が認められ、Si酸化物を主体とする酸化層が形成されていることを確認した。そして、本発明の電波ノイズ抑制部材は、複素透磁率が7、複素誘電率17と、空間のインピーダンスとの整合性が高まっており、反射減衰率は13dBとなり大きく改善された。

【0016】また、比較品として上記アモルファス合金粉末をアルゴン雰囲気中で550℃、1.5時間熱処理して得られたナノ結晶合金粉末、樹脂、硬化剤及び溶剤を用いて同様のシートを作製し、ネットワークアナライザーを用いて同様の項目について測定した。加えて上述したものと同様の装置を用いて粉末表面の分析も行った。その結果、比較品の粉末表面に酸化皮膜は認められず、シートの複素透磁率が3、複素誘電率が22であり、反射減衰量は5dBしか得られなかった。

【0017】（実施例2）水アトマイズ法により、平均粒径30μmのCr₃-Cu₁-Nb₃-Si_{13.5}-B₉（at%）、残部Feからなるアモルファス合金粉末を作製し、これを550℃、露点20℃の水素雰囲気中で1.5時間熱処理し、100nm以下のbcc Feの微細結晶組織を有し、平均粒径30μmの本発明のナノ結晶合金粉末を得た。次いで、ポリウレタン樹脂と樹脂の7.5倍を有するナノ結晶合金粉末を配合し、ドクターブレード法により厚さ2mmのシート状の本発明の電波ノイズ抑制部材を得た。本発明の電波抑制部材の1GHzにおける反射減衰量、複素透磁率、複素誘電率をヒューレットパッカード社製ネットワークアナライザーを用いて評価した。またX線光電子分光分析装置を用いて粉末表面の分析を行った。

【0018】本発明の粉末では、X線分析により、粉末表面にはSiと酸素の濃化が認められ、Si酸化物を主体とする酸化層が形成されていることを確認した。そして、本発明の電波ノイズ抑制部材は、複素透磁率は8、複素誘電率35と、空間のインピーダンスとの整合性が高まったことにより、反射減衰量は23 dBとなり大きく改善された。

【0019】また、比較品として上記アモルファス合金粉末をアルゴン雰囲気中で550℃、1.5時間熱処理して得られたナノ結晶合金粉末、樹脂、硬化剤及び溶剤を用いて同様のシートを作製し、ネットワークアナライザーを用いて同様の項目について測定した。加えて上述したものと同様の装置を用いて酸化皮膜の分析も行った。その結果、比較品の粉末表面に酸化皮膜は認められず、シートの複素透磁率が4、複素誘電率40で、反射減衰量は7 dBしか得られなかった。

【0020】(実施例3) 水アトマイズ法により平均粒径 30 μm、Cu₁-Mo₃-Si₁₀-B₈ (at%)、残部Feからなるアモルファス合金粉末を作製し、これを500℃、露点20℃の水素雰囲気中で1.5時間熱処理し、表面に酸化皮膜を有する100 nm以下のbcc Feの微細結晶粒でなる平均粒径 30 μmの本発明のナノ結晶合金粉末を得た。また比較品として、上記アモルファス合金粉末を500℃、1.5時間の熱処理を大気中及びAr雰囲気中で行って作製した2種類のナノ結晶合金粉末を得た。次いで上記3種類の粉末表面の分析をX線にて行ったところ、露点を調整した水素雰囲気中で熱処理した本発明品は、表面にSi及び酸素の濃化が認められ、Si酸化物を主体とする酸化層が形成され

ていることが確認された。

【0021】一方2種類の比較品の内大気中で行ったものは、表面にFe及び酸素の濃化が認められ、Feの酸化物を主体とする酸化層が形成されていることを確認した。またAr雰囲気中で行ったものは、表面酸化層が認められなかった。さらに、本発明品及び比較品をそれぞれポリエチレン樹脂と樹脂の6倍の重量を有するナノ結晶合金粉末、溶剤、硬化剤等を配合し、ドクターブレード法により厚さ2 mmのシート状の電波ノイズ抑制部材を作製し、周波数3 GHzにおける反射減衰量、複素透磁率、複素誘電率をヒューレットパッカード社製ネットワークアナライザーにて測定した。

【0022】その結果、比較品の電波ノイズ抑制部材は粉末をAr中で熱処理したものが、複素透磁率2、複素誘電率37、反射減衰量8 dBであったのに対し、大気中で熱処理したものは、複素透磁率3.4、複素誘電率34、反射減衰量10 dBと若干改善されたが不十分であった。これに対し本発明品は複素透磁率4.3、複素誘電率31と、空間のインピーダンスとの整合性が高められており、反射減衰量も15 dBと十分な値が得られた。

【0023】

【発明の効果】本発明によれば、表面にSiを主体とする酸化皮膜を有するナノ結晶磁性粉末を樹脂中に分散させることで、電磁波ノイズの抑制を大きく改善できる新しい構成の電磁波ノイズ抑制部材を提供することができ、近年の電子機器の誤動作の防止および精度向上にとって極めて有効である。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶

H05K 9/00

識別記号

FI

H01F 1/24